

日本国特許庁  
PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

01/501100  
PCT/JP98/05236 4

20.11.98  
REC'D 04 DEC 1998  
WIPO PCT

JP98/5236

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて  
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed  
with this Office.

出願年月日  
Date of Application:

1997年12月22日

エキウ

出願番号  
Application Number:

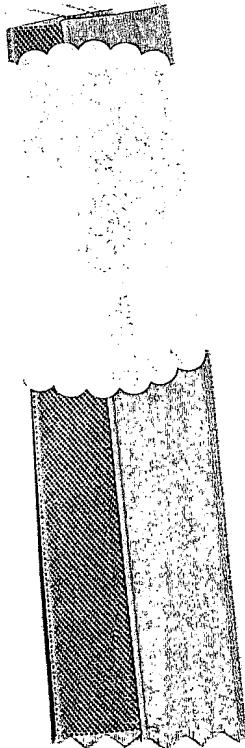
平成 9年特許願第352728号

出願人  
Applicant(s):

味の素株式会社

PRIORITY  
DOCUMENT

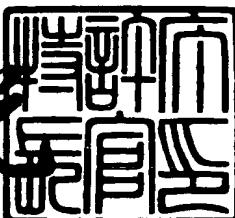
SUBMITTED OR TRANSMITTED  
IN COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



1998年 5月 8日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

荒井 寿之



出証番号 出証特平10-3035643

【書類名】 特許願  
【整理番号】 MA43688  
【提出日】 平成 9年12月22日  
【あて先】 特許庁長官 荒井 寿光 殿  
【発明の名称】 顆粒状甘味料  
【請求項の数】 3  
【発明者】  
【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区鈴木町1-1 味の素株式会社中央研究所内  
【氏名】 石田 寛敏  
【発明者】  
【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区鈴木町1-1 味の素株式会社中央研究所内  
【氏名】 永井 武  
【発明者】  
【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区鈴木町1-1 味の素株式会社中央研究所内  
【氏名】 竹本 正  
【発明者】  
【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区鈴木町1-1 味の素株式会社中央研究所内  
【氏名】 鈴木 雄一  
【特許出願人】  
【識別番号】 000000066  
【氏名又は名称】 味の素株式会社  
【代理人】  
【識別番号】 100064687  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 霜越 正夫

【電話番号】 03-5688-5139

【選任した代理人】

【識別番号】 100102668

【弁理士】

【氏名又は名称】 佐伯 憲生

【電話番号】 03-5688-5136

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 049401

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9607453

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 顆粒状甘味料

【特許請求の範囲】

【請求項1】 有効成分としてアスパルテーム及びアセスルフェームKを、これら両者の合計量に対するアセスルフェームKの割合が5~90重量%である割合で含有し、かつ最大粒径約1400μm以下の顆粒からなることを特徴とする顆粒状甘味料。

【請求項2】 アセスルフェームKの割合が50~90重量%であることを特徴とする請求項1記載の顆粒状甘味料。

【請求項3】 アセスルフェームKの割合が20~90重量%であり、かつ、最大粒径約500μm以下の顆粒からなることを特徴とする請求項1記載の顆粒状甘味料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、アスパルテーム (Aspartame。以下、「APM」と略記する。) とアセスルフェームK (Acesulfame K。以下、「ACE-K」と略記する。) とを有効成分とする、溶解性に優れた甘味料顆粒に関する。

【0002】

【従来の技術】

アミノ酸系合成甘味料APMの甘味強度は、スクロースと比較して重量比で約200倍と報告されている（特公昭47-31031）。又、その甘味質特性については、甘味質特性の評価の基準とされているスクロースと比較してさきあじが弱く、そしてあと味が強い。そこで、APMの甘味質特性の改善については、主にあと味の改善に関する種々の提案がなされており（例えば、特開昭56-148255、58-141760、58-220668等）、また、スクロースをAPMと併用する等、スクロースにより近い自然な甘味質を得る方法の提案もみられる（特開昭57-152862）。

## 【0003】

一方、ACE-Kも、やはり合成甘味料であり、その甘味強度は、APMと同じく、重量比でスクロースの約200倍程度であるが、APMに比べて、あと味、苦味、渋味、くせ、および刺激が強いというように甘味質が更に劣り、APMとの併用による甘味質の改善（米国特許第4158068号、これに対応する特公昭59-51262等）を始め、種々の改善が提案されてきた。例えば、前掲特公昭59-51262には、ACE-KとAPMを約1:10~10:1、殊に約2:5~5:2の混合割合（重量）で使用すると、両者のいずれよりも、スクロースにより類似した甘味質の得られる旨の開示がある。

## 【0004】

このように、APMの甘味質の改善については種々の提案がなされ、相応の効果が得られている。しかしながら、APMには、更に、溶解特性上の問題、すなわち、工業的に製造されたAPMの粉末（結晶）は、これを水に溶解しようとするとときに溶解性が悪い（すなわち、ダマを形成し易くて溶解がスムーズにいかない、そうでなくても溶解速度が小さい、など）という問題がある。ダマの形成など溶解性が悪いことは、例えば、清涼飲料水を初めとする、甘味付与にAPMを配合した飲食品の生産効率を低下させ、それらの工業生産上大きな不利益となる。

## 【0005】

APMの溶解性の改善については、既に、造粒（顆粒化）によるものがいくつか提案されてはいる。しかしながら、これらの方法は、なお溶解性の更なる改善が必要である（特開平4-346769等）、比較的多量の賦形剤の併用を必要とする（特開昭49-126855、特開昭50-19965、特開昭57-150361他）、などの点で満足のいくものではない。因みに、前掲特公昭59-51262に開示のACE-KとAPMの併用は、両者それぞれの水溶液の混合による併用であって、顆粒状態での併用について、ましてや顆粒状態での溶解性について触れるところは全くない。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

前項記載の従来技術の背景下に、本発明の目的は、 APMの溶解性の、優れた改善方法の提供にある。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明者は、前項記載の目的を達成すべく銳意研究の結果、 APMをACE-Kとの混合物の顆粒に成形すると、この顆粒は、ダマを形成しないことはもちろんのこと、その溶解速度はAPM単独の顆粒の溶解速度よりも大きくなる、すなわち、総じて溶解性が改善されるという予想し得べくもない事実を見い出し、このような知見に基いて本発明を完成するにいたった。

【0008】

すなわち、本発明は、有効成分としてアスパルテーム及びアセスルフェームKを、これら両者の合計量に対するアセスルフェームKの割合が5~90重量%である割合で含有し、かつ最大粒径約1400μm以下の顆粒からなることを特徴とする顆粒状甘味料に関する。

【0009】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を詳細に説明する。

【0010】

(a) 原末と単味顆粒の溶解性：

APM原末およびACE-K原末ならびに後掲実施例1の方法に準じて作成したこれらのそれぞれの顆粒を溶出試験機に投入してそれらの溶解所要時間の測定をした。

【0011】

APMの場合は、顆粒の方が最大粒径1400μm前後までは溶解所要時間が原末より短い、すなわち、溶解性改善効果がみられるが、これを超えると顆粒化による溶解性改善効果はみられない。これに対し、ACE-Kの場合は、原末の溶解性が非常によく、顆粒化しても溶解性は向上しない（後掲実験例1）。

## 【0012】

なお、ACE-Kの割合が90重量%以上ではACE-Kによる苦味が現れて好ましくない。

## 【0013】

## (b) 混合物顆粒と顆粒混合物の溶解性：

下記実施例1における方法により作成したAPMとACE-Kの混合物の顆粒を溶出試験機に投入した場合（混合物顆粒）、および同様の方法により調製したAPMの顆粒とACE-Kの顆粒の混合物を溶出試験機に投入した場合（顆粒混合物）の溶解所要時間を測定した。

## 【0014】

その結果、顆粒の最大粒径が1400μm以下では、ACE-Kの使用割合（混合物顆粒については、この混合物に占めるACE-Kの重量%、そして顆粒混合物については、この混合物に占めるACE-K顆粒の重量%のこと）が同一かつ粒径（粒度）が同一の場合は、混合物顆粒の溶解速度は常に顆粒混合物の溶解速度より大きいこと、そして二つの溶解速度の差は、ACE-Kの使用割合が大きくなるに従いまた顆粒の粒径が小さくなるに従い顕著になること（すなわち、APMに対するACE-Kによる溶解促進効果が顕著になること）が分かった（後掲実験例2）。混合物顆粒における溶解性改善は、ダマ形成防止および液面浮遊の防止に加えて、ACE-Kによる顆粒の崩壊促進によるものと考えられる。

## 【0015】

なお、ACE-Kの使用割合が5重量%以下ではACE-Kによる溶解促進効果は殆ど見られず、またACE-Kの割合が90重量%以上ではACE-Kによる苦味が現れて好ましくないことは、先に説明した場合と同様である。

## 【0016】

従って、本発明による溶解性改善効果は、ACE-Kの使用割合が5～90重量%で、かつ、最大粒径が約1400μm以下の顆粒により達成可能である。顆粒の最大粒径が約500μm以下の場合、ACE-Kの使用割合が20～90重量%で更なる溶解速度の改善が可能である。また、顆粒の最大粒径約1400μm以下で、かつ、ACE-Kの使用割合が50～90重量%の場合でも溶解速度

が顕著に改善可能となる。

【0017】

ACE-Kを添加して溶解性の改善されたAPMの顆粒、すなわち、本発明の顆粒状甘味料、の製造は、従来公知の方法に準じて行うことができる。例えば、乾式造粒法によることもできるし、湿式造粒法によることもできる。具体的には、顆粒の製造法は、混合造粒、圧扁造粒、押出造粒、流動造粒、転動造粒、解碎造粒、スプレーコーティング、タブレッティング、その他のいずれの方法によつてもよいが、熱負荷が少なく、また、製造プロセス等の複雑さを避けるためには、圧扁造粒等の乾式造粒法によることが、工業上有利である。

【0018】

本発明の顆粒状甘味料は、用途によっては、使い勝手を良くする目的であるいは甘味質改善の目的で、本発明による改善されたAPMの溶解性を損なわない範囲で、その顆粒に、従来の高甘味度甘味料組成物の場合と同じように、糖アルコール類、オリゴ糖類、食物纖維などの希釈剤や賦形剤、あるいはまた他の例えば、アリテーム、サッカリン、3,3-ジメチルブチルアスパルチルフェニルアラニンメチルエステルなどの高甘味度合成甘味料を配合することができる。この場合の希釈剤や賦形剤にはスクロース、ブドウ糖などの低甘味度甘味料も含まれる。

【0019】

APMの溶解性は、顆粒化により改善できることは知られている（前出特開4-346769）。一方、ACE-Kは原末の溶解性が非常に良く、顆粒化しても溶解性は向上しない（本発明者の知見）。したがって、APMとACE-Kを併用する場合、常識的にはAPMの顆粒とACE-Kの原末を別々に水中に投入すれば良いと考えられ、APMとACE-Kの混合物顆粒が別投入より速く溶けることは予想が困難であって、ましてやAPMの溶解性の改善のためにこれをACE-Kとの混合物顆粒に調製しようとするることは到底当業者の容易に想到し得るところではない。

【0020】

APMの原末を顆粒化すると液中のダマ形成が無くなり溶解性が向上する、と

いうことから類推され得るのは、APM原末をACE-Kと混合して顆粒化すると液中のAPMのダマ形成が無くなりAPM顆粒と同等の溶解性が得られるであろう、と言うことだけである。APMの単独顆粒に較べて、これをACE-Kとの混合物顆粒とすることにより溶解性が向上するのは、ACE-K添加により、大粒径での粒子崩壊効果と小粒径でのAPM凝集防止効果の両方が同時に働くことによるものと考えられる。

## 【0021】

APM顆粒の溶解性は、原末よりましなだけであり、溶解性の更なる改善は使用する側から望まれている。本発明によれば、APMの溶解性の更なる改善が実現するのみならず、APMおよびACE-Kの両者にとって甘味質の改善された、優れた甘味料を調製することができる。また、単独での成形が困難なACE-KをAPMと混合顆粒化するには常識的に結合剤が必要と予測されるが、本発明によれば、偶然APMが結合剤の働きをして純2成分の顆粒化が実現できるのである。結合剤や希釈剤や賦形剤を伴わないACE-KとAPMのみからなる純2成分甘味料は、用途により、例えば飲料用途の場合にその需要が極めて大きい。

## 【0022】

## 【実施例】

以下、実験例および実施例により、本発明を更に説明する。

## 【0023】

## 実験例1（原末と単味顆粒の溶解性）

1L溶出試験機（日本薬局方、パドル法、100rpm）により、水900ml（20℃）を使用し、これにサンプル1gを投入して溶解時間の測定を行った（終点は目視確認）。

## 【0024】

APM原末（平均粒径約15μm、最大粒径約100μm、IB型東状晶）およびACE-K原末（平均粒径約250μm、最大粒径約500μm）について、これらをそれぞれそのまま、およびそれぞれを後記実施例1における方法に準じて顆粒化し、篩分して得た種々の粒度の画分をサンプルとした。

## 【0025】

各サンプルについて溶解所要時間（分）を下記第1表に示す。

## 【0026】

## 【表1】

第1表：溶解所要時間（分）

サンプルの粒度	APM	ACE-K
原末	30	3
顆粒 500~1400μm	32	3
300~500μm	18	2
100~300μm	18	2
~100μm	29	3

## 【0027】

## 実験例2（混合物顆粒と顆粒混合物の溶解性）

実験例1におけると同様にして顆粒の溶解時間の測定を行った。なお、サンプルの混合物顆粒は、実験例1における原末を使用して後掲実施例1における方法により調製した。また、顆粒混合物は、実験例1に言及のAPM顆粒とACE-Kの顆粒を所定の粒度のものを所定の割合で混合してサンプルとした。なお、サンプルは各回において各1g供試した。

## 【0028】

詳述すると、下記第2表に示すように、APMとACE-Kの混合物の顆粒（混合物顆粒）について、両者の混合割合（ACE-Kの使用割合）および粒度を変えて、そしてAPMの顆粒とACE-Kの顆粒の混合物（顆粒混合物）について、同じく混合割合および粒度を変えて、溶解時間の測定を行った。なお、顆粒混合物は、APMの顆粒とACE-Kの顆粒をスパチュラで軽く混合して得たものである。結果も同表に示す。

【0032】

このようにして得られた APM と ACE-K との混合割合および粒度の異なる混合物顆粒を上記実験例 2 の実験に使用した。

【0033】

【発明の効果】

本発明に従い、アスパルテーム（APM）にアセスルフェームK（ACE-K）を混合して顆粒化することにより、溶解性の悪い APM の溶解性を顕著に改善することができるとともに優れた甘味質の甘味料を容易に得ることができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 溶解性の悪い高甘味度合成甘味料アスパルテーム（A P M）の溶解性の改善。

【解決手段】 有効成分としてアスパルテーム及びアセスルフェームKを、これら両者の合計量に対するアセスルフェームKの割合が5～90重量%である割合で含有し、かつ最大粒径約1400μm以下の顆粒からなることを特徴とする顆粒状甘味料。

【選択図】 なし

【書類名】 職権訂正データ  
【訂正書類】 特許願

## &lt;認定情報・付加情報&gt;

## 【特許出願人】

【識別番号】 000000066  
【住所又は居所】 東京都中央区京橋1丁目15番1号  
【氏名又は名称】 味の素株式会社  
【代理人】 申請人  
【識別番号】 100064687  
【住所又は居所】 東京都台東区台東1丁目30番9号 第二ツチヤビル 9階 たくみ特許事務所  
【氏名又は名称】 霜越 正夫

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100102668  
【住所又は居所】 東京都台東区台東1丁目30番9号 第二ツチヤビル 9階 たくみ特許事務所  
【氏名又は名称】 佐伯 憲生

出願人履歴情報

識別番号 [00000066]

1. 変更年月日 1991年 7月 2日

[変更理由] 住所変更

住 所 東京都中央区京橋1丁目15番1号

氏 名 味の素株式会社